

(F7)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-165798

(P 2 0 0 3 - 1 6 5 7 9 8 A)

(43) 公開日 平成15年6月10日 (2003. 6. 10)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード' (参考)
C30B 29/38		C30B 29/38	D 4G077
H01S 5/343	610	H01S 5/343	610 5F073

審査請求 未請求 請求項の数34 O L (全11頁)

(21) 出願番号 特願2001-363269 (P 2001-363269)

(22) 出願日 平成13年11月28日 (2001. 11. 28)

(71) 出願人 000005120

日立電線株式会社

東京都千代田区大手町一丁目6番1号

(72) 発明者 柴田 真佐知

東京都千代田区大手町一丁目6番1号 日

立電線株式会社内

(72) 発明者 大島 祐一

東京都千代田区大手町一丁目6番1号 日

立電線株式会社内

(74) 代理人 100080012

弁理士 高石 橘馬

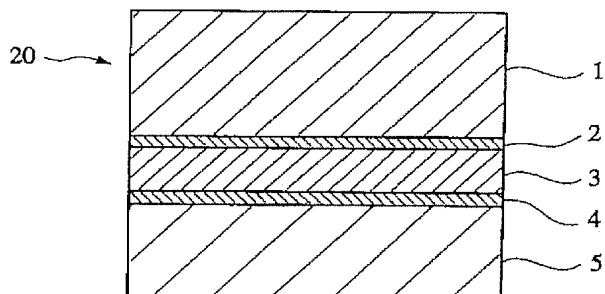
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化ガリウム単結晶基板の製造方法、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板、及びその上に形成したデバイス素子

(57) 【要約】

【課題】 クラックや反りのない大型の窒化ガリウム単結晶基板及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 窒化ガリウム単結晶を有する多層基板は、基体5に単結晶サファイア基板3を貼り付けてサファイア複合基板10を作製し、サファイア複合基板10のサファイア面上に窒化ガリウム単結晶1をエピタキシャル成長させることにより製造する。窒化ガリウム単結晶を有する多層基板から基体5又は基体5と単結晶サファイア基板3を除去することにより、窒化ガリウム単結晶の自立基板15を得る。窒化ガリウム単結晶の自立基板15上にデバイス素子を形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基体に単結晶サファイア基板を貼り付けてサファイア複合基板を作製し、前記サファイア複合基板のサファイア面上に窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることを特徴とする窒化ガリウム単結晶基板の製造方法。

【請求項2】 請求項1に記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、貼り付けた単結晶サファイア基板の表面がC面±5°以内の面又はA面±5°以内の面であることを特徴とする方法。

【請求項3】 請求項1又は2に記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、貼り付けた前記単結晶サファイア基板の厚さが150μm以下であることを特徴とする方法。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記基体の厚さが150μm以上であることを特徴とする方法。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記基体は $4.5 \sim 7.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ の線膨張係数を有する材料からなることを特徴とする方法。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記基体が多結晶又は非晶質の材料からなることを特徴とする方法。

【請求項7】 請求項1～6のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記基体は半導体、グラファイト、カーボン、金属、セラミックス及びガラスからなる群から選ばれた材料からなることを特徴とする方法。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記基体と前記単結晶サファイア基板とを金属層又は金属酸化物層を介して貼り合わせることを特徴とする方法。

【請求項9】 請求項1～8のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、前記単結晶サファイア基板を前記基体に貼り付けた後、研磨により前記単結晶サファイア基板の厚さを150μm以下に低減することを特徴とする方法。

【請求項10】 請求項1～9のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長をMOCVD法により行うことを特徴とする方法。

【請求項11】 請求項1～10のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、窒化ガリウム単結晶をその成長温度よりも低い温度で成長させることによりバッファ層を形成した後で、窒化ガリウム単結晶をMOCVD法によりエピタキシャル成長させ、前記バッファ層の上に前記窒化ガリウム単結晶を積層させることを特徴とする方法。

【請求項12】 請求項1～9のいずれかに記載の窒化ガ

リウム単結晶基板の製造方法において、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長をHVPE法により行うことを特徴とする方法。

【請求項13】 請求項1～9のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、まずMOCVD法により窒化ガリウム結晶を成長させ、次いで前記窒化ガリウム結晶上にHVPE法により窒化ガリウム結晶を成長させることにより、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長を行うことを特徴とする方法。

10 【請求項14】 請求項1～9に記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、まずMOCVD法により窒化ガリウム結晶を成長させ、成長した窒化ガリウム結晶上に開口部を有する選択成長用のマスクを積層し、次いで前記マスクを介して前記窒化ガリウム結晶上に窒化ガリウム結晶を成長させることにより、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長を行うことを特徴とする方法。

20 【請求項15】 請求項14に記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、マスク積層後の、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長の一部又は全部をHVPE法により行うことを特徴とする方法。

【請求項16】 請求項1～9の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、まずMOCVD法により窒化ガリウム結晶を成長させ、成長した窒化ガリウム結晶に選択成長用のパターニング加工を施し、次いでパターニング加工した窒化ガリウム結晶上に窒化ガリウム結晶を成長させることにより、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長を行うことを特徴とする方法。

【請求項17】 請求項16に記載の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法において、パターニング加工後の、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長の一部又は全部をHVPE法により行うことを特徴とする方法。

【請求項18】 請求項1～17のいずれかに記載の方法により得られた窒化ガリウム単結晶基板から前記基体又は前記基体と前記単結晶サファイア基板を除去してなる窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板。

【請求項19】 請求項18に記載の窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板上に形成されたデバイス構造を有する素子。

40 【請求項20】 請求項18に記載の窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を、請求項1で使用した基体とは異なる材質の基体上に貼り付けて複合基板とし、前記複合基板の窒化ガリウム面上に窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることを特徴とする窒化ガリウム単結晶複合基板の製造方法。

【請求項21】 請求項20に記載の窒化ガリウム単結晶複合基板の製造方法において、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を貼りつける基体が、窒化ガリウム単結晶よりも大きな熱伝導率を有する材料からなることを特徴とする方法。

50 【請求項22】 請求項21に記載の窒化ガリウム単結晶複

合基板の製造方法において、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を貼りつける基体が、窒化アルミニウム、炭化珪素又は金属から選ばれた材質からなることを特徴とする方法。

【請求項23】 請求項20～22のいずれかに記載の窒化ガリウム単結晶複合基板の製造方法において、前記基体と窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を、金属層を介して貼り合わせることを特徴とする方法。

【請求項24】 請求項20～23のいずれかに記載の方法により得られた窒化ガリウム単結晶複合基板。

【請求項25】 請求項20～23のいずれかに記載の方法により得られた窒化ガリウム単結晶複合基板上に形成されたデバイス構造を有する素子。

【請求項26】 基体上に単結晶サファイア基板を貼り付けたサファイア複合基板。

【請求項27】 請求項26に記載のサファイア複合基板において、貼り付けた単結晶サファイア基板の表面がC面±5°以内の面又はA面±5°以内の面であることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項28】 請求項26又は27に記載のサファイア複合基板において、貼り付けた単結晶サファイア基板の厚さが150μm以下であることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項29】 請求項26～28のいずれかに記載のサファイア複合基板において、前記基体の厚さが150μm以上であることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項30】 請求項26～29のいずれかに記載のサファイア複合基板において、前記基体は $4.5 \sim 7.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ の線膨張係数を有する材料からなることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項31】 請求項26～30のいずれかに記載のサファイア複合基板において、貼り付けた単結晶サファイア基板の表面粗さがTTVで5μm以下であることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項32】 請求項26～31のいずれかに記載のサファイア複合基板において、前記基体が多結晶又は非晶質の材料からなることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項33】 請求項26～32のいずれかに記載のサファイア複合基板において、前記基体が半導体、グラファイト、カーボン、金属、セラミックス及びガラスからなる群から選ばれた材料からなることを特徴とするサファイア複合基板。

【請求項34】 請求項26～33のいずれかに記載のサファイア複合基板において、基体と単結晶サファイア基板は金属層又は金属酸化物層を介して貼り合わされていることを特徴とするサファイア複合基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】本発明は、窒化ガリウム単結晶基板の製造方法、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板、及びその上に形成したデバイス素子等に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決すべき課題】 窒化ガリウム(GaN)、窒化インジウムガリウム(InGaN)、窒化ガリウムアルミニウム(GaAlN)等のGaN系化合物半導体は、青色発光ダイオード(LED)やレーザーダイオード(LD)用材料として、脚光を浴びている。さらにGaN系化合物半導体は、光素子以外にも良好な耐熱性や耐環境性の特徴を活かした電子デバイス用素子に使用する試みがなされている。

【0003】ところがGaN系化合物半導体はバルク結晶成長が難しいために、実用に耐えるサイズのGaN基板は未だ得られていない。現在広く実用化されているGaN成長用の基板はサファイアであり、単結晶サファイア基板の上に有機金属気相成長法(MOCVD法)等でGaNをエピタキシャル成長させる方法が一般に使用されている。

【0004】サファイア基板はGaNと格子定数が異なるため、サファイア基板上に直接GaNを成長させたのでは単結晶膜を得ることができない。このため、サファイア基板上に低温で成長させたAlNやGaNのバッファ層により格子の歪みを緩和させてから、その上にGaNを成長させる方法が提案されている(特公平5-73252号)。しかしこの低温成長バッファ層を使用したGaNの成長でも、サファイア基板とGaNとの線膨張係数の差のために、エピタキシャル成長後の基板に反りが発生し、最悪の場合には基板が割れるという問題もある。さらにエピタキシャル成長後の基板に反りがあると、フォトリソグラフィ法における微細パターン形成の際の露光具合がウェハ面内で不均一になるという問題も生じる。従って、反りのないGaNエピ基板の成長法が望まれているが、いまだ満足な方法は開発されていない。

【0005】サファイア基板上に厚く成長したGaNのエピタキシャル成長基板から、サファイア基板をエッチングや研磨により除去し、GaNの自立基板を得る試みもなされている。GaNの自立基板ができれば、サファイア基板とGaNエピタキシャル層との格子定数の差や線膨張係数の差に起因する諸問題は解決される。しかしサファイア基板を除去する過程で、サファイアとGaNの線膨張係数の差に起因する内部歪みが開放されるので、GaN自立基板の反りが増大し、最悪の場合には基板が割れてしまうという問題がある。そのためこの方法はまだ実用化に到っていない。例えばJapanese Journal of Applied Physics Vol. 38 (1999) Pt. 2, No. 3A, pp. L217～219には、サファイア基板上にHVPE(Halide Vapor Phase Epitaxy)法によりGaNを厚く成長させ、その後レーザーパルス照射して、GaN層だけを剥離する方法が報告されているが、この方法を追試すると、剥離の過程でGaN基板にクラックが入りやすいために、大型のGaN基板を再現性良く得ることができないことが分かった。

【0006】もう一つの問題は、サファイア基板は熱伝導性が良くないことである。サファイアは、熱伝導率が

42 W/m・Kしかなく、GaNの130 W/m・Kに比べて非常に熱を伝えにくい。このためGaN素子で発生する熱をサファイア基板側から放射することができず、特に大電流を流す必要のある素子の場合には、素子が過熱してGaN素子の性能を十分に引き出すことができない。

【0007】従って本発明の目的は、クラックや反りのない大型の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法、及びその方法により得られた窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を提供することである。

【0008】本発明のもう1つの目的は、放熱特性のよい窒化ガリウム系デバイスを提供することである。

【0009】本発明のさらにもう1つの目的は、クラックや反りのない大型の窒化ガリウム単結晶複合基板の製造方法、及びサファイア複合基板を提供することである。

【0010】本発明のさらにもう1つの目的は、かかる窒化ガリウム単結晶複合基板からなるデバイス素子を提供することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記の通り、サファイア基板上にバッファ層を介して単結晶GaNを成長させる技術はすでに確立しているが、基板の反りの問題が残っている。サファイア基板はGaNと線膨張係数が異なるため、GaNの成長後の冷却過程で基板は大きく反ってしまう。

【0012】サファイア基板上でGaNのエピタキシャル成長を行っても基板に反りを生じさせないようにするには、サファイア基板をGaNエピタキシャル層の厚さに対して十分に薄くすれば良いことが分かった。しかし現在市販されているサファイア基板の厚さは300~400 μm もあり、これを100 μm 以下に薄くすると、ハンドリング時に容易に割れてしまうという問題がある。そこでサファイア基板を別の基体に貼りつけた上で、これを研磨等により薄くし、GaN成長用の基板に使用すれば、サファイアとGaNとの線膨張係数の差により基板が反る問題を解消できることに想到した。本発明はかかる発見に基づき完成したものである。

【0013】すなわち、本発明の窒化ガリウム単結晶基板の製造方法は、基体に単結晶サファイア基板を貼り付けてサファイア複合基板を作製し、前記サファイア複合基板のサファイア面上に窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることを特徴とする。

【0014】基体と単結晶サファイア基板とを、金属層又は金属酸化物の層を介して貼り合わせるのが好ましい。これは、両者の接合強度を確保した上で、接合面の平坦性を確保するためである。

【0015】窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長はMOCVD法又はHVPE法により行うのが好ましい。また窒化ガリウム単結晶をその成長温度よりも低い温度で成長させることにより、サファイア基板上にバッファ層を形

成した後で、窒化ガリウム単結晶をMOCVD法によりエピタキシャル成長させ、バッファ層の上に窒化ガリウム単結晶を積層させても良い。

【0016】本発明の窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長方法は、まずMOCVD法により窒化ガリウムをエピタキシャル成長させ、次いで窒化ガリウム単結晶上にHVPE法により窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることを特徴とする。この方法はGaNの厚膜エピタキシャル層を得るのに有効である。この場合、MOCVD法により下地層用の窒化ガリウムを成長させ、窒化ガリウム下地層の上に開口部を有する選択成長用のマスクを積層するかパターニング加工を施し、次いでマスク又はパターニングを介して窒化ガリウム下地層の上に窒化ガリウム結晶を成長させることができる。マスクの積層又はパターニング加工の後における、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長の一部又は全部を、HVPE法により行うのが好ましい。これにより、いずれも転位密度の低いGaNエピタキシャル層を得ることができる。

【0017】上記方法により得られた窒化ガリウム単結晶層を有する多層基板から基体又は基体と単結晶サファイア基板を除去することにより、エピタキシャル成長窒化ガリウム単結晶からなる自立基板を得ることができる。この窒化ガリウム単結晶の自立基板上にデバイス構造を有する素子を形成することができる。

【0018】本発明のさらに別の好ましい態様においては、上記窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板を、サファイア複合基板に使用したのとは異なる材質の基体（第二の基体）上に貼り付けた後で、窒化ガリウム面上にさらに窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させて、窒化ガリウム複合基板を得る。この場合、第二の基体は、窒化ガリウムよりも大きな熱伝導率を有する材質からなるのが好ましく、具体的には、窒化アルミニウム、炭化珪素又は金属からなるのが好ましい。

【0019】さらに第二の基体と窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板とを金属層を介して貼り合わせるのが好ましい。基体とGaN自立基板との貼り合わせを金属層を介して行うのは、GaN素子を作製した場合、素子での発熱を効率よく基体に伝え、放熱することができるようにするためである。

【0020】本発明はまた、それぞれ上記要件を満たす基体上に単結晶サファイア基板を貼り付けたサファイア複合基板を提供する。貼り付けた単結晶サファイア基板の表面粗さはTTV (Total Thickness Variation) で5 μm 以下であるのが好ましい。この表面粗さの要件を満たす理由は、単結晶サファイア基板の表面上に成長するGaNの結晶性を乱さないためである。

【0021】本発明はまた、かかる方法により得られた窒化ガリウム単結晶基板や窒化ガリウム単結晶複合基板上に形成されたデバイス素子を提供する。

【0022】

【発明の実施の形態】

【0023】[1] サファイア複合基板

(A) 基体

GaNのエピタキシャル成長後に熱歪みによる反りが生じるのを防止するためにサファイア基板に貼り合わせる基体は、GaNと近い線膨張係数を有する材質からなるのが好ましい。具体的には、基体の線膨張係数は $4.5 \sim 7.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ の範囲内であるのが好ましい。基体の線膨張係数がこの範囲を外れると、GaNがエピタキシャル成長した後の多層基板は反ってしまい、その後の加工が難しくなる。しかし線膨張係数が近くない材質からなる基体であっても、金属等の層を介して基体に貼り付けられ、介在層が歪み緩和層として働き、エピタキシャル成長するGaN層の厚さが十分に厚ければ、基板の反りを低減することが可能である。

【0024】基体は多結晶又は非晶質であるのが好ましい。これは、基体の熱歪みに異方性を持たせないためである。熱歪みに異方性を有する単結晶材料を基体を使用すると、基体に貼り付けたサファイア基板上にGaNがエピタキシャル成長したとき、サファイア基板とGaN単結晶との線膨張係数の差や線膨張係数の異方性に起因する歪みが増長したり、基体自体の線膨張係数の異方性に起因して多層基板に反りが生じるおそれがある。また一般的に多結晶や非晶質の材料は、同じ材質の単結晶材に比べて製造が容易であり、安価に入手できるという利点も有する。

【0025】貼り付ける単結晶サファイア基板の表面粗さはTTV (Total Thickness Variation) で $5 \mu\text{m}$ 以下であるのが好ましい。この表面粗さの要件は、単結晶サファイア基板の表面上に成長するGaNの結晶性を乱さないために必要である。サファイア基板表面のTTVが $5 \mu\text{m}$ を超えると、その上に成長するGaNの表面に六角錐状のモルフォロジーが現れ、エピタキシャル成長GaN単結晶上にデバイス構造を形成するのが困難になる。

【0026】上記範囲の線膨張係数を有し、多結晶や非晶質とすることができ、かつ加工も容易であるという理由で、基体用の材料としては、半導体、グラファイト、カーボン、金属、セラミックス及びガラスから選ばれたものが好ましい。これらの材料の中でも、GaNの成長雰囲気である 1000°C 近傍のアンモニア雰囲気には耐える材料がより好ましい。

【0027】基体を使用可能な半導体としては、シリコン、ゲルマニウム、砒化ガリウム、燐化ガリウム等が挙げられる。カーボンとしては、ガラス状（グラッシー）カーボン、層状（パイロリテック）カーボン等が挙げられる。金属としては、ハフニウム、クロム、ジルコニウム、イリジウム、モリブデン、ニオブ等の高融点金属及びそれらの合金が挙げられる。セラミックスとしては、サファイア、ランガサイト、ジルコニア、アルミナ、ルチル、石英等の金属酸化物、窒化アルミニウム、

窒化ホウ素、窒化珪素、窒化チタン等の金属窒化物等が挙げられる。GaNの成長雰囲気では劣化する前記の半導体のような材料でも、その表面に SiO_2 や SiC 等の保護膜を付けることにより、基体として使用可能になる。

【0028】基体／サファイア基板の複合基板の強度を確保する上で、基体の厚さは $150 \mu\text{m}$ 以上であるのが好ましい。一般に基体にサファイア基板を貼り付けてなる複合基板の強度は、サファイア基板の厚さ及び基体の厚さと強度、接着層の厚さと強度の組み合わせによって決まる。基体として使用できる材料のうち最も高強度のものを選んだ場合でも、 $150 \mu\text{m}$ 以下の厚さのサファイア基板を貼り合わせたサファイア複合基板を搬送、洗浄、乾燥する際に破損を防止する上で、基体の厚さは最低でも $150 \mu\text{m}$ であるのが好ましい。

【0029】(B) 単結晶サファイア基板

【0030】貼り付ける単結晶サファイア基板の表面はC面 $\pm 5^\circ$ 以内の面又はA面 $\pm 5^\circ$ 以内の面であるのが好ましい。貼りつけるサファイア基板の面方位をC面 $\pm 5^\circ$ 以内の面（C面又はC面から 5° 以内で傾いた面）又はA面 $\pm 5^\circ$ 以内の面（A面又はA面から 5° 以内で傾いた面）のいずれかにするのは、単結晶サファイア基板の上におけるGaNのエピタキシャル成長を、結晶性の良いエピタキシャル層が得られるC面成長とするためである。

【0031】GaNのC面成長エピタキシャル層を得るためには、上記の通りサファイア基板の表面は基本的にC面又はA面が好ましいが、別の面を有するサファイア基板を貼りつけることも可能である。またサファイア基板の代わりに、その上にGaNの成長が可能なSiやGaAs等の半導体結晶基板、あるいは LiGaO_2 や NdGaO_3 等のサファイア以外の酸化物結晶基板を貼りつけることも可能である。

【0032】貼り付ける単結晶サファイア基板の厚さは $150 \mu\text{m}$ 以下であるのが好ましい。これは、単結晶サファイア基板の厚さが $150 \mu\text{m}$ 以下であると、GaNが成長した後の線膨張係数の差に起因する反りが実質的になくなる（実用レベルで無視し得る程度になる）からである。

【0033】一般にGaNのエピタキシャル成長後に得られる多層基板の反りをなくすには、サファイア基板の厚さはGaNのエピタキシャル成長が可能な範囲内であれば薄い程良い。反りをなくすのに必要なサファイア基板の厚さは、その上に成長するGaN層の厚さと、貼り付けられる基体の厚さ及び線膨張係数、接着層の材質と厚さ等の組み合わせによって決まるため、一概には規定できないが、実用的な見地からサファイア基板上に成長するGaNエピタキシャル層の厚さが $500 \mu\text{m}$ を超えることはない。基体に依存せず反りをなくすのに必要なサファイア基板の厚さは最大 $150 \mu\text{m}$ である。 $150 \mu\text{m}$ より厚いサファイア基板を使用すると、エピタキシャル成長後に多層基板が反っていなくても、基体を除去するとGaNエピタ

キシヤル層が反り、最悪の場合には割れに到る。

【0034】(C) 接合方法

基体とサファイア基板との貼り合わせは下記の条件を満たす必要がある。

- ①貼付け後のサファイア基板の加工に耐える接合強度を有すること。
- ②ボイドや異物等の介在物がなく、接合面が平坦であること。
- ③GaNの成長温度及び雰囲気でも接合強度を保持できること。
- ④剥離が容易なこと。

【0035】特に②の条件は重要である。接合面が平坦でないと、サファイア基板を貼りつけた後、表面を加工する場合に、表面の平坦性を出すのが困難である。また異物等が介在すると、GaNのエピタキシャル成長のために基体／サファイア基板の複合基板を加熱する際に、サファイア基板の剥離やサファイア複合基板の変形が起こる。④の条件は、GaNの自立基板を作製する場合に満たすのが望ましい条件である。

【0036】これらの条件を全て満足する接合層として利用できるものは金属及び金属酸化物である。これらの接合層を基体及びサファイア基板の接合面に蒸着法やスパッタ法で形成するか、適当なバインダーに混ぜて接合面に塗布する。接合面を合わせて加熱（必要に応じて加圧しながら加熱）することにより、基体とサファイア基板とを十分な強度で接合することができる。

【0037】基体とサファイア基板の接合に使用できる接着剤としては種々のものがあるが、なかでも金属、金属酸化物系溶剤、その他の耐熱接着剤が好ましい。金属としては、例えばチタン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、モリブデン、ニオブ、ジルコニウム等の金属及びその合金等が挙げられる。また金属酸化物としては、 Al_2O_3 -CaO系、 Al_2O_3 -CaO-MgO系、 Al_2O_3 -CaO-MgO- B_2O_3 系、 Al_2O_3 -CaO-MgO- SiO_2 系、 Al_2O_3 - Y_2O_3 系、 ZrO_2 - Y_2O_3 系、 ZrO_2 -CaO系、 Al_2O_3 -MgO系、 Al_2O_3 - SiO_2 系等の酸化物溶剤が挙げられる。金属と上記金属酸化物との混合物からなる溶剤も使用可能である。さらに耐熱接着剤として、珪酸アルカリ系、磷酸塩系、シリカゾル系等の無機バインダーと硬化剤及び／又は充填剤との組み合わせからなるものが挙げられる。

【0038】基体とサファイア基板の接合方法としては、塗布法や蒸着法の他に、スプレー法、スパッタ法や分子線エピタキシー（MBE）法等も使用可能である。また金属箔を基体とサファイア基板との間に挟み込み、加熱（場合によっては圧接）することにより接着する方法も有効である。また基体の材質によっては、基体表面を酸化させたり水を介したりしてサファイア基板を貼りつけることも可能である。なお接合法全般については、例えば、「セラミックス接合・接着技術集成」（高塩治男著、（株）アイピーシー）等を参照されたい。

【0039】基体とサファイア基板との界面には全面的に均一に接着剤が介在しているのが望ましいが、部分的に接着剤を介して貼り付けておくことも可能である。この場合、サファイア基板の研磨後に表面平坦性が得られにくい、基体の除去（剥がし）作業は容易になる。

【0040】(D) 後加工

- 単結晶サファイア基板を基体に貼り付けた後、必要に応じて研磨により単結晶サファイア基板の厚さを150 μ m以下に低減するのが好ましい。これは、サファイア基板の加工時に、サファイア基板が割れるのを防止するためであり、かつ貼り合わせにより生じた基体と基板との平行度のずれを修正し、GaNのエピタキシャル成長が基板面内で均一に行われるようにするためである。

【0041】[2] エピタキシャル成長窒化ガリウム単結晶層を有する多層基板

窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長は有機金属気相成長法（MOCVD法）又はハライド気相エピタキシー法（HVPE法）により行うのが好ましい。MOCVD法では結晶性のよいGaN層を形成することができ、またHVPE法では結晶成長速度が速いので、効率良くGaN層を成長させることができる。なおMOCVD法及びHVPE法自体は公知であるので、それらの実施条件は適宜設定することができる。

【0042】窒化ガリウム単結晶をその成長温度よりも低い温度で成長させることにより、サファイア基板上にバッファ層を形成した後で、窒化ガリウム単結晶をMOCVD法によりエピタキシャル成長させ、バッファ層の上に窒化ガリウム単結晶を積層させても良い。

- 【0043】また、まず単結晶サファイア基板上にMOCVD法により窒化ガリウムをエピタキシャル成長させて窒化ガリウムの下地層を形成し、次いでその上にHVPE法により窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることもできる。この方法はGaNの厚膜エピタキシャル層を得るのに有効である。MOCVD法では結晶性のよいGaN層が成長するので、下地層となるGaN層ができ、次いでHVPE法では結晶成長速度が速いので、効率良くGaN層を成長させることができる。MOCVD法とHVPE法の組合せにより、厚膜の窒化ガリウム単結晶層を形成することができる。

- 【0044】変更例として、MOCVD法により下地層用の窒化ガリウムを成長させ、窒化ガリウム下地層の上に開口部を有する選択成長用のマスクを積層するかパターニング加工を施し、次いでマスク又はパターニングを介して窒化ガリウム下地層の上に窒化ガリウム結晶を成長させることができる。マスクの積層又はパターニング加工の後に、窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長の一部又は全部をHVPE法により行うのが好ましい。これにより、いずれも転位密度の低いGaNエピタキシャル層を得ることができる。

- 【0045】GaN単結晶層を有する多層基板は、基体あ

るいは基体とサファイア基板を残したまま、デバイス素子用基板として使用することができる。また後述するように、基体（又は基体及びサファイア基板）を除去して、GaN単結晶のみ（又はサファイア基板を有するGaN単結晶）をデバイス素子用基板として使用することもできる。

【0046】[3] 自立基板

サファイア基板上にGaN単結晶層を厚くエピタキシャル成長させた場合、基体又は基体とサファイア基板を除去して、GaN単結晶の自立基板を得ることができる。本発明の方法によれば、エピタキシャル成長GaN単結晶層を有する多層基板内に歪みが蓄積されないため、基体側を研磨して多層基板を薄くしても、研磨の進行につれて多層基板が反ったり割れたりすることがなく、反りのないGaN単結晶の自立基板が得られる。貼り合わせに使用した介在物だけを、エッチング等で選択的に除去し、基体及びサファイア基板からGaN単結晶層を剥がすことも可能である。得られた窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板の上にデバイス構造を有する素子を形成することができる。

【0047】[4] 窒化ガリウム複合基板

窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板は、サファイア複合基板に使用したのとは異なる材質の基体（第二の基体）上に貼り付けた後で、窒化ガリウム面上にさらに窒化ガリウム単結晶をエピタキシャル成長させることにより、基体／窒化ガリウム単結晶からなる窒化ガリウム複合基板を得ることができる。第二の基体として、GaN単結晶よりも熱伝導率の高い基体を使用することにより、放熱特性が向上した窒化ガリウム複合基板からなる素子を得ることができる。この基体の貼り替えは、反りのないGaN単結晶の自立基板が得られたことにより初めて可能になった。

【0048】第二の基体は、窒化ガリウムよりも大きな熱伝導率を有する材質からなるのが好ましく、具体的には、窒化アルミニウム、炭化珪素又は金属から選ばれた材質からなるのが好ましい。第二の基体の材質を、窒化アルミニウム（AlN）又は炭化珪素（SiC）又は金属から選ばれた材質とするのは、その熱伝導率がGaNの130W/m・Kに比べて、AlNで～200 W/m・K、SiCで490 W/m・K、金属で、例えばアルミニウムの場合は248 W/m・K、銅の場合は398 W/m・K（以上すべて300 Kでの値）と大きく、GaN素子を作製した場合に、素子の熱を効率よく放熱できるからである。

【0049】第二の基体と窒化ガリウム単結晶のエピタキシャル成長自立基板との貼り合わせは金属層を介して行うのが好ましい。金属層としては、インジウム、アルミニウム、金等が好ましい。金属層の介在により、GaN単結晶素子を作製した場合に、素子での発熱を効率よく基体に伝え、放熱することができる。

【0050】

【実施例】本発明を以下の実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はそれらに限定されるものではない。

【0051】実施例1

図1に示すように、直径50 mm及び厚さ300 μ mの円形ジルコンセラミックス（ $ZrO_2 \cdot SiO_2$ ）基体5（線膨張係数： $5.5 \times 10^{-6} K^{-1}$ ）の片面に鏡面研磨仕上げを施し、研磨面上に金属チタンを0.1 μ mの厚さに蒸着した。また直径50 mm及び厚さ200 μ mのサファイアC面基板3（線膨張係数： $7.3 \times 10^{-6} K^{-1}$ ）の片面に鏡面研磨仕上げを施し、研磨面上に金属アルミニウムを0.1 μ mの厚さに蒸着した。

【0052】上記ジルコンセラミックス基体5と上記サファイア基板3との金属蒸着面同士を密着させ、20 kg/cm²の荷重を加えた状態で、アルゴンガス雰囲気の中で1050℃で30分間加熱保持した後、冷却した。この処理によりジルコンセラミックス基体5とサファイア基板3は強固に貼り付いた。接合された金属蒸着層は接着層4を形成した。

【0053】得られたジルコンセラミックス基体／サファイア基板の複合基板10を、研磨用セラミックス定盤にサファイア基板が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、ダイヤモンド研削機を使用してサファイア基板3を約30 μ mの厚さになるまで研削した後、ダイヤモンド研磨砥粒を使用して粗研磨及び鏡面研磨仕上げを施した。鏡面研磨後のサファイア複合基板10のうちサファイア基板3の厚さは15 μ m±0.1 μ mであった。

【0054】実施例2

実施例1で作製したサファイア複合基板10のサファイア面上にMOCVD法によりGaN単結晶を2 μ mの厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧MOCVD炉であり、原料ガスとしてアンモニアガスとトリメチルガリウムを使用し、またキャリアガスとして水素と窒素の混合ガスを使用した。エピタキシャル成長法の手順は下記の通りである。まずサファイア複合基板を水素雰囲気中で1100℃に加熱し、表面の酸化物等をクリーニングした後、サファイア複合基板の温度を550℃に下げてGaNを20 nmの厚さにエピタキシャル成長させ、バッファ層2を形成した。さらに複合基板10の温度を1050℃に上げて、GaNを2 μ mの厚さにエピタキシャル成長させた。1はそのエピタキシャル成長したGaN単結晶層を示す。図2は得られた多層基板20の断面構造を概略的に示す。

【0055】エピタキシャル成長したGaN単結晶層1を有する多層基板20は平坦できれいな鏡面を呈した。この多層基板20のGaN単結晶層1表面のX線回折測定を行ったところ、GaN層1は単結晶であり、六方晶の（0001）面を呈していることが確認された。またロックンガーの半値幅は250 secであり、良好な結晶性を有することが確認された。エピタキシャル成長GaN単結晶層1を有する多層基板20を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板20の中央部と周辺部の高さの差は平均

で3.5 μm であり、良好な平坦性を示した。

【 0 0 5 6 】 実施例 3

実施例 2 で MOCVD 法により形成したエピタキシャル成長した GaN 単結晶層の上に HVPE 法により GaN 単結晶を 300 μm の厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧 HVPE 炉であり、原料ガスとしてアンモニアガス及び金属 Ga と HCl ガスを 850℃ で反応させて得た GaCl を使用し、またキャリアガスとして水素ガスを使用した。エピタキシャル成長温度は 1050℃ であり、成長速度は 80 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。

【 0 0 5 7 】 得られたエピタキシャル成長 GaN 単結晶層を有する多層基板は、GaN 単結晶層表面に六角錐状のモルフォロジーが観察されたものの、比較的平坦な面を呈した。またこの多層基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さの差は平均で 12 μm であり、厚膜のエピタキシャル成長 GaN 単結晶層を有する多層基板としては良好な平坦性を示した。

【 0 0 5 8 】 実施例 4

実施例 3 で作製したエピタキシャル成長 GaN 単結晶層を有する多層基板をフッ酸：過酸化水素水：水＝1：1：4 のエッチング液に一晩浸漬したところ、基体と金属介在層が侵食され、薄いサファイア基板の付いた厚膜の GaN エピタキシャル層だけが残った。

【 0 0 5 9 】 得られたサファイア基板/GaN エピタキシャル層からなる多層基板をサファイア基板が表面になるようにワックスでセラミックス定盤に貼り付け、サファイア基板を研磨により除去した。これにより、エピタキシャル成長 GaN 単結晶のみからなる直径 50 mm 及び厚さ約 300 μm の自立基板を得た。この自立基板は無色透明で、クラックが全くなかった。自立基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、自立基板の中央部と周辺部の高さの平均値の差は 9 μm であり、良好な平坦性を示した。

【 0 0 6 0 】 実施例 5

実施例 2 で作製したエピタキシャル成長 GaN 単結晶層を有する多層基板上に SiO₂ 膜を形成し、これにフォトリソグラフィにより開口部幅 3 μm 及びマスク幅 7 μm のストライプ状マスクを形成した。ストライプの長手方向は、GaN エピタキシャル成長層の〈11-20〉方向と平行になるようにした。マスクを形成した基板上に HVPE 法により GaN 単結晶を 300 μm の厚さにエピタキシャル成長させた。使用した成長装置は横型常圧 HVPE 炉であり、原料ガスとしてアンモニアガス及び金属 Ga と HCl ガスを 850℃ で反応させて得た GaCl を使用し、キャリアガスとして水素ガスを使用した。エピタキシャル成長温度は 1050℃ であり、成長速度は 80 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。

【 0 0 6 1 】 得られたエピタキシャル成長 GaN 単結晶層を有する多層基板は、GaN 単結晶層表面に六角錐状の弱いモルフォロジーが観察されたものの、比較的平坦な面を呈した。この多層基板を平坦面に置いてその反りを測定

したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さの平均値の差は 7 μm であり、良好な平坦性を示した。

【 0 0 6 2 】 実施例 6

直径 100 mm 及び厚さ 500 μm のグラファイト円板（線膨張係数： $5.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）の両面を $\pm 1 \mu\text{m}$ の平坦度に研磨し、グラファイト基体を作製した。また直径 100 mm 及び厚さ 300 $\pm 0.1 \mu\text{m}$ のサファイア A 面基板の片面を鏡面研磨し、サファイア基板を作製した。

【 0 0 6 3 】 グラファイト基体の一方の面とサファイア基板の鏡面研磨面側とに、珪酸を主成分とする市販の無機耐熱接着剤（耐熱温度 $\sim 1500^\circ\text{C}$ ）をそれぞれ薄く塗布し、塗布面同士を貼り合わせて、万力で挟んで圧着したまま 6 時間乾燥させた。これに 350℃ で 2 時間の熱処理を施したところ、グラファイト基体とサファイア基板は強固に貼り付いた。

【 0 0 6 4 】 得られたグラファイト基体/サファイア基板の複合基板を、研磨用のセラミックス定盤にサファイア基板が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、ダイヤモンド研削機を使用してサファイア基板を約 50 μm の厚さになるまで研削した後、ダイヤモンド研磨砥粒を使用して粗研磨及び鏡面研磨仕上げを施した。グラファイト基体に貼着されたサファイア基板の厚さは 15 $\mu\text{m} \pm 0.2 \mu\text{m}$ であった。

【 0 0 6 5 】 実施例 7

実施例 6 で作製した複合基板のサファイア面上に MOCVD 法により GaN 単結晶を 1 μm の厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧 MOCVD 炉であり、原料ガスとしてアンモニアガスとトリメチルガリウムを使用し、キャリアガスとして水素と窒素の混合ガスを使用した。エピタキシャル成長法の手順は下記の通りである。まず複合基板を水素雰囲気中で 1100℃ に加熱し、表面の酸化物等をクリーニングした後、複合基板の温度を 550℃ に下げて GaN を 20 nm の厚さにエピタキシャル成長させ、バッファ層を形成した。さらに複合基板の温度を 1050℃ に上げて、GaN 単結晶を 2 μm の厚さにエピタキシャル成長させた。

【 0 0 6 6 】 エピタキシャル成長した GaN 層を有する多層基板は平坦できれいな鏡面を呈した。このエピタキシャル成長 GaN 層の表面の X 線回折測定を行ったところ、GaN 層は単結晶であり、六方晶の (0001) 面を呈していることが確認された。またロッギングカーブの半値幅は 260 sec であり、良好な結晶性を有することが確認された。この多層基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さの差は平均で 8 μm であり、良好な平坦性を示した。

【 0 0 6 7 】 実施例 8

実施例 7 で作製した多層基板の GaN 単結晶層上に HVPE 法により GaN 単結晶を 350 μm の厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧 HVPE 炉であり、原料ガスとしてアンモニアガス及び金属 Ga と HCl ガスを 850℃ で

反応させて得たGaClを使用し、キャリアガスとして水素ガスを使用した。成長温度は1050℃であり、成長速度は80 μm/hであった。

【0068】得られたエピタキシャル成長GaN単結晶層を有する多層基板は表面に六角錐状のモルフォロジが観察されたものの、比較的平坦な面を呈した。この多層基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さ差は平均で9 μmであり、厚膜のエピタキシャル成長GaN単結晶層を有する多層基板としては良好な平坦性を示した。

【0069】実施例9

実施例8で作製したエピタキシャル成長GaN単結晶層を有する多層基板を、研磨用セラミックス定盤にグラファイト基体が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、研削機を用いてグラファイト基体及びサファイア基板を研削により除去した。その後、サファイア基板を除去した側のGaN単結晶の表面を鏡面研磨仕上げした。こうして、直径100 mm及び厚さ330 μmのGaN単結晶の自立基板を得た。このGaN単結晶の自立基板は無色透明で、クラックや反りがなかった。

【0070】実施例10

直径50 mm及び厚さ300 μmの円形焼結AlN基体（線膨張係数： $4.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）の片面に鏡面研磨仕上げを施し、研磨面上に金属ニッケルを0.1 μmの厚さに蒸着した。また直径50 mm及び厚さ200 μmの円形サファイア基板（C面0.5°オフ、線膨張係数： $7.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）の片面に鏡面研磨仕上げを施し、研磨面上に金属チタンを0.1 μmの厚さに蒸着した。

【0071】上記AlN基体とサファイア基板の金属蒸着面同士を密着させ、25 kg/cm²の荷重を加えた状態で、アルゴンガス雰囲気中に保った炉内で1050℃に30分間加熱保持した後、冷却した。その結果、AlN基体とサファイア基板は、強固に貼り付いた。

【0072】得られたAlN基体／サファイア基板の複合基板を、研磨用セラミックス定盤にサファイア基板が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、ダイヤモンド研削機を使用してサファイア基板の厚さが約15 μmになるまで研削した後、ダイヤモンド研磨砥粒を使用して粗研磨及び鏡面研磨仕上げを施した。AlN基体に貼着されたサファイア基板の厚さは5 μm±0.1 μmであった。

【0073】実施例11

実施例10で作製した複合基板のサファイア面上にMOCVD法によりGaN単結晶を2 μmの厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧MOCVD炉であり、原料ガスとしてアンモニアガスとトリメチルガリウムを使用し、またキャリアガスとして水素と窒素の混合ガスを使用した。エピタキシャル成長法の手順は下記の通りである。まず複合基板を水素雰囲気中で1100℃に加熱し、表面の酸化物等をクリーニングした後、基板温度を550℃に下げてGaNを20 nmの厚さにエピタキシャル成長させ、

バッファ層を形成した。さらに複合基板温度を1050℃に上げて、GaNを2 μmの厚さにエピタキシャル成長させた。

【0074】得られたエピタキシャル成長GaN層を有する多層基板は平坦できれいな鏡面を呈した。GaN層表面のX線回折測定を行ったところ、GaN層は単結晶であり、六方晶の（0001）面を呈していることが確認された。またロッキングカーブの半値幅は、240 secであり、良好な結晶性を有することが確認された。この多層基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さの差は平均で2.5 μmであり、良好な平坦性を示した。

【0075】実施例12

直径50 mm及び厚さ300 μmのハフニウム多結晶基体（線膨張係数： $6.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）と、直径50 mm及び厚さ200 μmのサファイアC面基板（線膨張係数： $7.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ）とを、CaO-Al₂O₃-MgO-SiO₂系溶剤を使用して接着した。接着条件は、窒素ガス雰囲気中で1500℃及び10分間であった。

【0076】得られたハフニウム多結晶基体／サファイア基板の複合基板を、研磨用のセラミックス定盤にサファイア基板が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、ダイヤモンド研削機を使用してサファイア基板の厚さが約15 μmになるまで研削した後、ダイヤモンド研磨砥粒を使用して粗研磨及び鏡面研磨仕上げを施した。ハフニウム基体に貼着されたサファイア基板の厚さは5 μm±0.1 μmであった。

【0077】実施例13

実施例12で作製した複合基板のサファイア面上にMOCVD法によりGaN単結晶を2 μmの厚さにエピタキシャル成長させた。使用した装置は横型常圧MOCVD炉であり、原料ガスとしてアンモニアガスとトリメチルガリウムを使用し、キャリアガスとして水素と窒素の混合ガスを使用した。エピタキシャル成長法の手順は下記の通りである。まず複合基板を水素雰囲気中で1100℃に加熱し、表面の酸化物等をクリーニングした後、基板温度を550℃に下げてGaNを20 nmの厚さにエピタキシャル成長させ、バッファ層を形成した。さらに基板温度を1050℃に上げて、GaNを2 μmの厚さにエピタキシャル成長させた。

【0078】得られたエピタキシャル成長GaN層を有する多層基板は平坦できれいな鏡面を呈した。このGaN層の表面のX線回折測定を行ったところ、GaN層は単結晶であり、六方晶の（0001）面を呈していることが確認された。ロッキングカーブの半値幅は260 secであり、良好な結晶性を有することが確認された。この多層基板を平坦面に置いてその反りを測定したところ、多層基板の中央部と周辺部の高さの差は平均で3.0 μmであり、良好な平坦性を示した。

【0079】実施例14

実施例2と同様の方法で作製した多層基板の厚さ5 μm

のエピタキシャル成長GaN単結晶層の表面にニッケルを $0.1\mu\text{m}$ の厚さに蒸着し、多層基板のニッケル蒸着面を直径 50mm 及び厚さ $200\mu\text{m}$ の銅板に密着させ、 $20\text{kg}/\text{cm}^2$ の荷重を加えた状態で、アルゴンガス雰囲気を保った炉内で 1050°C に30分間加熱保持した後、冷却した。その結果、エピタキシャル成長GaN単結晶層を有する多層基板と銅板は強固に貼り付いた。

【0080】得られた多層基板／銅板の複合基板を、研磨用のセラミックス定盤にジルコンセラミックス基体が表面になるようにワックスを用いて貼り付け、ダイアモンド研削機を使用してジルコンセラミックス基板及びサファイア基板を研削により除去した。次いで研削により現れたGaN単結晶面に、鏡面研磨仕上げを施した。こうして熱伝導率の良い銅板上に熱伝導率の良いニッケル銅合金層を介してエピタキシャル成長GaN単結晶層が貼り付いた多層基板を得た。

【0081】実施例15

実施例4で作製したGaN単結晶の自立基板を、インジウムを介して直径 50mm 及び厚さ $330\mu\text{m}$ の円形AlN焼結基板に接着した。こうして熱伝導率の良いAlN基板上に熱伝導率の良いインジウム層を介してGaN単結晶層が貼り付いたGaN複合基板を得た。

【0082】実施例16

実施例5と同様にHVPB法によりGaN単結晶をエピタキシャル成長させる際に、炉内に SiH_2Cl_2 を導入し、n型のGa_{0.99}Nを成長させた。さらに実施例4と同様の方法でこの多層基板からGaN単結晶層だけを分離し、n型Ga_{0.99}N単結晶の自立基板を作製した。

【0083】実施例17

図3に示すように、実施例16で得られたn型窒化ガリウム単結晶の自立基板15上にSiドーパ ($n=5\times 10^{17}\text{cm}^{-3}$) GaNからなるバッファ層14 (厚さ $2\mu\text{m}$)、Siドーパ ($n=5\times 10^{17}\text{cm}^{-3}$) $\text{Al}_{0.07}\text{Ga}_{0.93}\text{N}$ からなるクラッド層13 (厚さ $1.0\mu\text{m}$)、Siドーパ ($n=1\times 10^{17}\text{cm}^{-3}$) GaNからなるSCH (Separate Confinement Heterostructure) 層12 (厚さ $0.1\mu\text{m}$)、Siドーパ又はアンドープ $\text{In}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{N}$ / $\text{In}_{0.05}\text{Ga}_{0.95}\text{N}$ からなる多重量子井戸層11 (厚さ $30\text{\AA}/50\text{\AA}\times 3$)、Mgドーパ ($p=2\times 10^{19}\text{cm}^{-3}$) $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{N}$ からなるオーバーフロー防止層10 (厚さ $0.02\mu\text{m}$)、Mg ($p=2\times 10^{19}\text{cm}^{-3}$) ドープGa_{0.99}Nからなる光閉じ込め層9 (厚さ $0.1\mu\text{m}$)、Mgドーパ ($p=2\times 10^{19}\text{cm}^{-3}$) $\text{Al}_{0.07}\text{Ga}_{0.93}\text{N}$ からなるクラッド層8 (厚さ $0.5\mu\text{m}$)、及びMgドーパ ($p=2\times 10^{19}\text{cm}^{-3}$) GaNからなるコンタクト層7 (厚さ $0.05\mu\text{m}$)を順次形成し、レーザーダイオード (LD) を作製した。

【0084】その後、p側にドライエッチングにより幅 $4\mu\text{m}$ 及び高さ $0.4\mu\text{m}$ のリッジ構造を作製し、電流狭窄を行なった。さらにリッジの上部にNi/Au電極を形成し、p型オーミック電極6とした。裏面のGa_{0.99}N自立基板15側にはTi/Al電極を全面に形成し、n型オーミック電極1

6とした。さらに両端面に $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ からなる高反射コーティング膜を施した。素子長は $500\mu\text{m}$ とした。

【0085】このLD素子に通電すると、しきい値電流密度 $4.5\text{ kA}/\text{cm}^2$ 、しきい値電圧 5.4 V で、室温で連続発振した。結晶欠陥が低減されているため、素子の寿命は 25°C 、 30 mW 駆動時において5000時間と良好であった。さらに本発明の自立基板を使用することにより基板の反りが低減されているため、プロセス時の歩留まりが大幅に改善され、85%以上の素子で良好な特性が得られた。

【0086】以上実施例により本発明を詳細に説明したが、本発明はそれらに限定されず、本発明の技術的思想の範囲内で種々の変更を施すことができる。例えばサファイア基板上にGa_{0.99}N単結晶をエピタキシャル成長させる例について記載してきたが、本発明はこれに限定されず、第III族元素の窒化物の単結晶に対しても適用することができる。例えばGa_{0.99}N以外にもAlNやInN及びこれらの混晶や、Ga_{0.99}Ns等のGa_{0.99}Nを含む混晶化合物半導体もエピタキシャル成長させることができる。

【0087】

【発明の効果】上記構成を有する本発明は以下の効果を発揮する。

- (1) 反りのないエピタキシャル成長Ga_{0.99}N単結晶層を有する多層基板を容易に得ることが可能である。
- (2) 基板の除去が容易に行えるため、クラックや傷のないGa_{0.99}N単結晶の自立基板を容易に得ることができる。
- (3) 基板の除去が容易に行えるため、大口径で形の整ったGa_{0.99}N単結晶の自立基板を容易に得ることができる。
- (4) サファイア基板が薄いため、Ga_{0.99}Nとの格子定数差や熱膨張係数差に起因する歪みが少なく、欠陥密度が低く、結晶品質の良いGa_{0.99}N単結晶エピタキシャル成長基板又はGa_{0.99}N単結晶の自立基板を得ることができる。
- (5) 欠陥密度が低く、結晶品質の良いGa_{0.99}N単結晶の自立基板上に発光素子を作製することにより、高出力かつ長寿命な発光素子を得ることができる。
- (6) Ga_{0.99}N層を熱伝導性の良い基体に貼り替えて使用することにより、放熱特性の良い素子を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のサファイア複合基板の一例を示す概略図である。

【図2】 図1のサファイア複合基板上に窒化ガリウム単結晶層がエピタキシャル成長した多層基板の一例を示す概略図である。

【図3】 本発明の窒化ガリウム単結晶自立基板上に形成した発光素子の断面構造を示す概略図である。

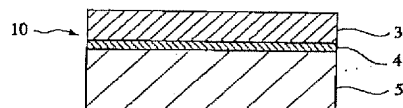
【符号の説明】

- 1 Ga_{0.99}N単結晶層
- 2 低温成長バッファ層
- 3 単結晶サファイア基板
- 4 接着層
- 5 基体

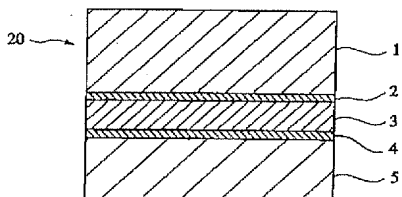
- 19
- 6 p型電極
- 7 p-GaNからなるコンタクト層
- 8 p-Al_{0.07}Ga_{0.93}Nからなるクラッド層
- 9 p-GaNからなる光閉じ込め層
- 10 p-Al_{0.2}Ga_{0.8}Nからなるオーバーフロー防止層
- 11 MQW (InGaN/InGaN) ×3

- 20
- 12 n-GaNからなるSCH層
- 13 n-Al_{0.07}Ga_{0.93}Nからなるクラッド層
- 14 n-GaNからなるバッファ層
- 15 n-GaN自立基板
- 16 n型電極

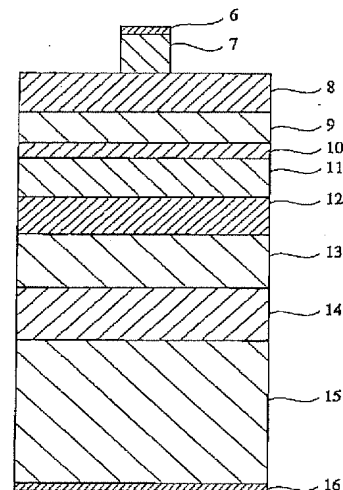
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BE15 DB05 DB08
 ED05 ED06 EF02 FJ03 HA02
 HA12 TA04 TB04 TB05 TK11
 5F073 AA45 AA51 AA74 CB02 CB05
 DA05 DA07 EA28

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-165798

(43)Date of publication of application : 10.06.2003

(51)Int.Cl.

C30B 29/38
H01S 5/343

(21)Application number : 2001-363269

(71)Applicant : HITACHI CABLE LTD

(22)Date of filing : 28.11.2001

(72)Inventor : SHIBATA MASATOMO
OSHIMA YUICHI

(54) METHOD FOR PRODUCING GALLIUM NITRIDE SINGLE CRYSTAL SUBSTRATE, FREE STANDING SUBSTRATE FOR EPITAXIAL GROWTH OF GALLIUM NITRIDE SINGLE CRYSTAL, AND DEVICE ELEMENT FORMED ON THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a large-sized gallium nitride single crystal substrate which is free from cracks or warps, and also to provide a method for producing the same.

SOLUTION: A single crystal sapphire substrate 3 is laminated on a substrate 5 so as to form a sapphire composite substrate 10 and a gallium nitride single crystal 1 is epitaxially grown on the sapphire surface of the sapphire composite substrate 10, thus forming a multi-layer substrate having the gallium nitride single crystal. A standing substrate 15 composed of the gallium nitride single crystal is obtained by removing the substrate 5 or the substrate 5 and the sapphire single crystal substrate 3 from the multi-layer substrate having the gallium nitride single crystal. A device element is formed on the standing substrate 15 composed of the gallium nitride single crystal.

